

日 本 国 特 許 庁

JAPAN PATENT OFFICE

02.04.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2002年 8月30日

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-252389

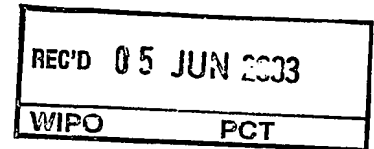
[ST.10/C]:

[JP2002-252389]

出 願 人

Applicant(s):

科学技術振興事業団



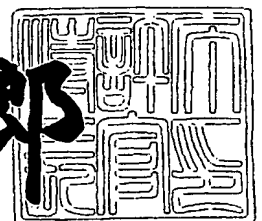
**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 5月13日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3035966

Best Available Copy

【書類名】 特許願

【整理番号】 P140097

【あて先】 特許庁長官 及川 耕造 殿

【国際特許分類】 C09B 48/00

【発明者】

 【住所又は居所】 宮城県仙台市青葉区米ヶ袋 1 - 3 - 2 - 4 0 5

 【氏名】 中西 八郎

【発明者】

 【住所又は居所】 宮城県仙台市八木山弥生 4 - 3 5 - 1 0 5

 【氏名】 馬場 耕一

【発明者】

 【住所又は居所】 宮城県仙台市太白区郡山 6 - 5 - 1 0 - 5 0 5

 【氏名】 笠井 均

【発明者】

 【住所又は居所】 宮城県仙台市太白区郡山 6 - 5 - 1 3 - 5 0 3

 【氏名】 及川 英俊

【発明者】

 【住所又は居所】 宮城県仙台市太白区郡山 6 - 5 - 8 - 5 0 5

 【氏名】 岡田 修司

【特許出願人】

 【識別番号】 396020800

 【氏名又は名称】 科学技術振興事業団

 【代表者】 沖村 憲樹

【代理人】

 【識別番号】 100110168

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 宮本 晴規

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 066992

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 顔料ナノ粒子の新規な製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 有機顔料をアミド系溶媒を少なくとも 50 容量%以上含む有機溶媒に溶解させた後、前記溶媒と相溶性であり、且つ前記有機顔料に対しては貧溶媒となる溶媒中に前記顔料溶液を攪拌条件下で注入することを特徴とする高濃度の前記有機顔料のナノサイズの微粒子を製造する方法。

【請求項 2】 有機顔料がアゾ系顔料、フタロシアニン系顔料、キナクリドン系顔料、イソインドリノン系顔料、シアニン系顔料、メロシアニン系顔料、フラレン系顔料、多環芳香族系顔料、またはポリジアセチレン系顔料であることを特徴とする請求項 1 に記載の高濃度の前記有機顔料のナノサイズの微粒子を製造する方法。

【請求項 3】 少なくとも有機顔料がキナクリドン系またはフタロシアニン系のものであることを特徴とする請求項 2 に記載の高濃度の前記有機顔料のナノサイズの微粒子を製造する方法。

【請求項 4】 アミド系溶媒が 1-メチル-2-ピロリジノン、1, 3-ジメチル-2-イミダゾリジノン、2-ピロリジノン、 ϵ -カプロラクタム、ホルムアミド、N-メチルホルムアミド、N, N-ジメチルホルムアミド、アセトアミド、N-メチルアセトアミド、N, N-ジメチルアセトアミド、N-メチルプロパンアミド、ヘキサメチルホスホリクトリアミドであることを特徴とする請求項 1、2、または 3 に記載の有機顔料のナノサイズの微粒子を製造する方法。

【請求項 5】 貧溶媒が水、アルコール系溶媒、ケトン系溶媒、エーテル系溶媒、芳香族系溶媒、二硫化炭素、脂肪族系溶媒、ニトリル系溶媒、スルホキシド系溶媒、ハロゲン系溶媒、エステル系溶媒、イオン性溶液またはこれらの 2 種以上の混合溶媒から選択されることを特徴とする 1、2、3 または 4 に記載の有機顔料のナノサイズの微粒子を製造する方法。

【請求項 6】 有機顔料の溶媒として 1-メチル-2-ピロリジノン、2-ピロリジノンおよび 1, 3-ジメチル-2-イミダゾリジノンからなる群から選択される少なくとも 1 種からなる溶媒または前記溶媒を少なくとも 50 容量%以上

含有する混合有機溶媒を用い、貧溶媒として水および／またはアルコール系溶媒を用いることを特徴とする請求項 2、3 に記載の有機顔料のナノサイズの微粒子を製造する方法。

【請求項 7】 溶液の調製を常圧最高沸点近い加熱下～超臨界条件での加熱下で有機顔料を溶解することにより行い、調製された 0.5 mmol/L～100 mmol/L の高濃度の有機顔料溶液を液状を保持する最低温度までの低い温度の貧溶媒に注入することを特徴とする請求項 1～6 に記載の何れかであることを特徴とするナノサイズの微粒子を製造する方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、アミド系溶媒を少なくとも 50 容量%以上含む有機溶媒を用いて、有機顔料の高濃度の溶液を調製し、次いで、前記溶液を前記有機顔料に対する貧溶媒中に攪拌下で注入して前記有機顔料のナノサイズの微粒子の高濃度の分散液とする工程を含むナノサイズの有機顔料微粒子、特にナノサイズの有機顔料微結晶粒子を製造する方法に関する。

攪拌下とは、回転攪拌機を使用する場合は 2000 ± 1500 rpm の条件を、亜臨界または超臨界では乱流条件のような攪拌状態を意味する。

【0002】

【従来の技術】

有機顔料は、色相が豊富であり、着色性、透明性などの特性も良いことから、印刷インキ、インクジェット、電子写真カラートナー、カラーフィルター、反射型ディスプレイ、化粧料、プラスチック類の着色剤などとして広い分野で使用されている。また、有機顔料の中には前記着色剤とは異なる機能性材料、例えば光電子特性、EL 特性などを利用した技術分野で前記特性を利用した構成材料としても検討されている。前記多くの用途において使用される際、顔料粒子のサイズ、形状、結晶型などは、分散性、着色性、耐候性、耐光性、加工時の熱安定性などに影響する重要な特性である（文献 1；Dyes and Pigments 21(1993) 273-297）。例えば、印刷インキ、インクジェットインキの様に有機顔料を含む液状の製

品では、チキソトロピー性、着色性、および顔料の貯蔵中における分散安定性を良くするために、顔料の粒径や結晶型の制御、および粒径の均一性は重要な要素である。また、顔料の粒径や結晶型の制御、および粒径の均一性などは、電子写真トナーにおける静電的安定性、化粧料における着色性、分散安定性など、また、耐光性、耐候性などに影響する重要なファクターである。更に、前記機能性材料の開発ではその機能に適した顔料誘導体の開発と共に、新規開発材料の顔料の粒径や結晶型の制御、および粒径の均一性と機能性材料としての特性、例えば光電子特性、EL特性、光導電特性との至適関連を見出すことが重要である。

【0003】

前記有機顔料に要求される特性の製品が、有機顔料の合成法を改良することにより得られるようすることは理想であるが、現段階では前記理想を満足させる有機顔料の製造技術に到達していない。特に、キナクリドン系顔料、フタロシアニン系顔料は、着色剤としては安定性、安全性などの点で優れていること、光電子特性、EL特性を利用した分野での利用も大いに期待されていることなどから、新しい有機顔料粒子の製造方法が研究されている。しかしながら、これらの顔料においても、有機顔料の合成で得られた粗顔料は、精製し、粒子の粒径などを所望の条件に合うようする工程、および、結晶型を着色剤、および機能性材料に要求される特性に合うものに調整する溶媒処理などが必須である。

これらの、粗顔料の処理は、特に顔料としての特性を発現させるものであることから、顔料化処理と言われている。

ところで、これらの顔料は汎用の溶媒には溶けないため、顔料化には粉碎、硫酸溶液からの結晶化および結晶化粒子の洗浄の工程を含み、エネルギー消費、環境適合性および充分粒径の小さい単分散型の分散液を製造するなどの面からは理想とは程遠いものであった。

【0004】

本発明者らは、有機化合物のナノサイズの粒子を製造する技術の開発研究をし、有機化合物を比較的取り扱いやすい有機溶媒を利用して溶液を調製し、調製された溶液を前記化合物に対しては貧溶媒であり、かつ前記溶液の調製に使用された有機溶媒とは相溶性である貧溶媒中に激しく攪拌しながら注入して、前記有機

化合物のナノサイズの粒子を沈殿させて製造する、再沈法という技術確立している（文献2；特開平6-79168号公報）。

文献2の〔0008〕では「他方、通常の溶媒に溶解しないフタロシアニン顔料等の有機顔料を半ば反応させつゝ硫酸に溶解後、水中に分散、混練して微小粒子を得るアシドペースティング法が、例えば、F. H. モーザ（Moser）ほか著「ザ フタロシアニンズ（The Phthalocyanines）第I巻」35～37頁（1983年CRCプレス出版）に開示されている。これは、顔料微粒子を得る特殊方法であり、強酸を用いるために適用できる材料の種類が限定され、かつ、一般に純度が低下する」と記載している。

【0005】

また、超臨界または亜臨界溶液からサブミクロンのキナクリドン系顔料微結晶を再沈法を用いて、粗粒のキナクリドン系顔料から製造する方法も提案している（文献3，特願2001-144706号）。

ここでは、ナノサイズのキナクリドン系顔料が得られることが記載されているけれども、工業的な生産技術としてはまだ検討の余地があるものであった。このことは、前記顔料の競争製造者として、インドおよび中国の製造者が価格競争を武器に進出しており、高品質の量産技術の開発が必須となっている。

【0006】

このような中で、前記硫酸を用いる技術に代わる技術としては、アライド ケム社は、キナクリドン顔料を、粗のキナクリドンを8倍量のPPA（ポリリン酸）と85℃～100℃で4～18時間加熱し、これをキナクリドンの20倍量のメタノールに投入して1時間煮沸し、水洗して取り出し、明るい赤ないし紫色の顔料とする技術の報告がある。また、粗のβ型をPPAに溶かし、低級脂肪族アルコールで再生させるとγ型に変わるが、変性アルコールで処理するとβ型のままで採取できることが報告されている。更に、結果に影響する重要な要素は再生が起こる温度、アルコール純度、アルコールの添加速度であることが報告されている〔文献4、永井 芳男、西 久夫、「染料と薬品」第13巻、p81-107（88-89）、（1968）〕。

【0007】

また、「日本画像学会誌」Vol.37,N0.4, (9)～(15)頁には、 α 型オキシチタニウムフタロシアニン顔料（Pc顔料と略称する）をバインダー樹脂に分散して電荷発生層を形成すること、そこで使用されるPc顔料の粒径は $0.1\mu\text{m}$ より小さいものが使用されること、また、前記粒径を持ち結晶型が定まったPc顔料を得るために、アセトニトリル中で20時間またはクロロホルム中で10時間攪拌下で環流して α 型オキシチタニウムフタロシアニン顔料を製造することが記載されている〔(10)頁〕。

【0008】

しかしながら、硫酸を使用しない、上記いずれの顔料化処理においても、簡易性および生産性などの面で充分とは言えない。従って、環境問題、エネルギー問題などを解決した、所望の顔料粒径および結晶型を有する有機顔料が得られる顔料化処理技術を開発することが重要である。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、前記従来技術の問題点を解決した、工業的に有用な顔料化処理技術を提供することである。本発明者らは前記課題を解決するために、種々の溶媒系を用いて試行錯誤する中でアミド系溶媒、特に高温加熱したアミド系溶媒が、前記有機溶媒にほとんど溶解性を示さない有機顔料、特にキナクリドン顔料やフタロシアニン顔料を高濃度で溶解することを見出した。そして、これを前記顔料の貧溶媒、特に充分冷却した貧溶媒中に、攪拌下注入することにより、高濃度の顔料分散液を製造することができることを見出し前記課題を解決することができた。

また、アミド系溶媒の中でも、1-メチル-2-ピロリジノンには、分子間の水素結合だけでなく、これと同時に、1-メチル-2-ピロリジノンの、石炭の様な多環芳香族が発達した化合物を層間に侵入して溶解する特有の溶媒特性により、平面状の π 電子共役分子同士の強い分子間相互作用を断ち切って有機顔料を高濃度で溶解し、高濃度の有機顔料溶液が得られることを偶然発見した。その偶然の発見と本発明者が鋭意努力研究してきた再沈法が結びついて前記課題が解決できたものである。

【 0 0 1 0 】

【課題を解決するための手段】

本発明は、有機顔料をアミド系溶媒を少なくとも50容量%以上含む有機溶媒に溶解させた後、前記溶媒と相溶性であり前記有機顔料に対する貧溶媒中に前記顔料溶液を攪拌条件下で注入することを特徴とする高濃度の前記有機顔料のナノサイズの微粒子を製造する方法である。好ましくは、有機顔料がアゾ系顔料、フタロシアニン系顔料、キナクリドン系顔料、イソインドリノン系顔料、シアニン系顔料、メロシアニン系顔料、フラーレン系顔料、多環芳香族系顔料、またはポリジアセチレン系顔料であることを特徴とする前記高濃度の前記有機顔料のナノサイズの微粒子を製造する方法であり、より好ましくは、有機顔料がキナクリドン系またはフタロシアニン系のものであることを特徴とする前記高濃度の前記有機顔料のナノサイズの微粒子を製造する方法である。

【 0 0 1 1 】

好ましくは、アミド系溶媒が1-メチル-2-ピロリジノン、1, 3-ジメチル-2-イミダゾリジノン、2-ピロリジノン、ε-カプロラクタム、ホルムアミド、N-メチルホルムアミド、N, N-ジメチルホルムアミド、アセトアミド、N-メチルアセトアミド、N, N-ジメチルアセトアミド、N-メチルプロパンアミド、ヘキサメチルホスホリクトリアミドであることを特徴とする前記各有機顔料のナノサイズの微粒子を製造する方法であり、また好ましくは、注入する貧溶媒が水、アルコール系溶媒、ケトン系溶媒、エーテル系溶媒、芳香族系溶媒、二硫化炭素、脂肪族系溶媒、ニトリル系溶媒、スルホキシド系溶媒、ハロゲン系溶媒、エステル系溶媒、イオン性溶液またはこれらの2種以上の混合溶媒から選択されることを特徴とする前記各有機顔料のナノサイズの微粒子を製造する方法であり、より好ましくは、有機顔料の溶媒として1-メチル-2-ピロリジノン、2-ピロリジノンおよび1, 3-ジメチル-2-イミダゾリジノンからなる群から選択される少なくとも1種からなる溶媒または前記溶媒を少なくとも50容量%以上含有する混合有機溶媒を用い、貧溶媒として水および／またはアルコール系溶媒を用いることを特徴とする前記有機顔料のナノサイズの微粒子を製造する方法である。

【 0 0 1 2 】

また、好ましくは、溶液の調製を常圧最高沸点近い加熱下～超臨界条件での加熱下で有機顔料を溶解することにより行い、調製された $0.5 \text{ mmol/L} \sim 100 \text{ mmol/L}$ の高濃度の有機顔料溶液を液状を保持する最低温度までの低い温度の貧溶媒に注入することを特徴とする前記ナノサイズの微粒子を製造する方法である。

【 0 0 1 3 】

【本発明の実施の態様】

本発明をより詳細に説明する。

A. 本発明の顔料微粒子の製造の対象となる顔料は、アミド系溶媒が少なくとも 50 容量% を含む有機溶媒に十分な溶解度を持ち、水、アルコール系溶媒、ケトン系溶媒、エーテル系溶媒、芳香族系溶媒、二硫化炭素、脂肪族系溶媒、ニトリル系溶媒、スルホキシド系溶媒、ハロゲン系溶媒、エステル系溶媒、イオン性溶液のような前記アミド系の溶媒と相溶性であり、かつ前記顔料に対して貧溶媒（定義：溶解度 $1 \mu \text{mol/L}$ 以下）が存在すれば充分であるが、水、アルコール系溶媒、特に炭素数 4 までの低級アルコール、アセトンなどの貧溶媒と組み合わせて混合溶媒とすることができるキナクリドン系顔料、フタロシアニン系、特に金属フタロシアニン系、ジアゾ系顔料など、従来ナノサイズの結晶粒子が得にくい顔料に適用できる点で有用である。

アミド系溶媒としては、1-メチル-2-ピロリジノン、2-ピロリジノンおよび 1, 3-ジメチル-2-イミダゾリジノンを特に好ましい溶媒として挙げることができる。

【 0 0 1 4 】

B. 生成する顔料微結晶のサイズ、生成微粒子の結晶型を制御し、2次粒子の生成を抑制するために、カチオン性、アニオン性、またはノニオン性の界面活性剤を添加することも可能である。反応性活性剤も微細粒子の製造には有利である。

C. 有機顔料の溶液の調製条件は、常圧における溶剤の沸点までの温度～溶媒の亜臨界、超臨界条件を採用することができる。環流条件下でも良い。

有機顔料の溶液濃度は、高密度の顔料分散液を生産するという観点からすれば高いほど良いが、溶液の調製の容易性、生産性を考慮すると、 0.5 mmol/L ~ 100 mmol/L が好ましい。設備的観点からは、常圧における溶媒の沸点までの温度の条件が有利である。

D. 貧溶媒の条件は、顔料の析出条件を調整する注入速度、前記有機顔料の溶液の温度よりできる限り低い貧溶媒温度条件であり、常圧から亜臨界、超臨界条件の範囲を選択できる。

因みに、注入速度は、貧溶媒 1 mL ~ 50 L に対して、注入溶液 ($10 \mu\text{L}$ ~ 400 mL) を $10 \mu\text{L/秒}$ ~ 10 mL/秒 で行う。

貧溶媒の攪拌を行う場合、2次粒子の生成など抑制のために乱流条件、回転攪拌機の場合 $2000 \pm 1500 \text{ rpm}$ という条件下で行う。

【0015】

【実施例】

以下、実施例により本発明を具体的に説明するが、この例示により本発明が限定的に解釈されるものではない。

実施例 1 ;

非置換直鎖状キナクリドン顔料を、1-メチル-2-ピロリジノン（通称名：N-メチルピロリドン（NMP）） $200 \mu\text{L}$ 中に、それぞれ 1 、 3 、 5 および 10 mM 、室温下で溶解し、均一な溶液とした。前記調製した溶液を攪拌機により 1500 rpm という激しく攪拌させた 10 mL の水中に注入した。得られた微粒子キナクリドン顔料を走査型電子顕微鏡像を取り、サンプル像を目視観察し、生成した微粒子キナクリドン顔料のサイズを測定し、平均粒径の粒度分布を作製した。電子顕微鏡像を図1に、粒度分布を図2に示す。結晶サイズは平均 20 nm であった。

得られたキナクリドン顔料微粒子の粉末X線回折を図3に示す。

2θ が 6.099 、 13.816 、 26.153 に三本のピークを有しており γ 型と考えられる。

溶液濃度を 1 mM (a)、 3 mM (b)、 5 mM (c) および 10 mM (d) に変えて作成したキナクリドンナノ結晶特性を水分散液の吸収スペクトルを図5

として示す。

図 6 (a) は 5 2 0、5 5 0 n m に 2 本の吸収ピークを有し、 γ 型であることを確認できる。また、溶液の濃度を濃くすると、分散液の吸光度が比例的に増大する。

【 0 0 1 6 】

実施例 2

実施例 1 と同様に調製した、有機顔料濃度 5 m M である 2 0 0 μ L の均一溶液を調製した。前記調製した溶液を、攪拌機により 1 5 0 0 r p m という激しく攪拌させた 1 0 m L のメタノール中に注入した。得られた微粒子キナクリドン顔料のサイズを実施例 1 と同様に測定し、平均粒径と粒度分布を作製した。得られたキナクリドン顔料微粒子の粉末 X 線回折を図 4 に示す。

2 θ の 2 6 . 8 7 0 にピークを有しており、 α 型と考えられる。

貧溶媒を変えることにより得られる結晶型を制御できることを示している。

図 6 の (b) は、本実施例により得られたキナクリドン顔料微粒子の吸収ピークスペクトルであり、吸収ピーク位置が 6 0 0 n m を越えており、 α 型であることが確認できる。貧溶媒の種類によっても、結晶型が異なるキナクリドン顔料微粒子が得られることを明確にすることができた。

【 0 0 1 7 】

実施例 3

前記実施例における顔料をチタニルフタロシアニンに代え、溶媒として N M P - ピリジンの 1 ; 1 の混合溶媒を用い 1 m M 溶液 5 m L を調製した。これを 1 5 0 0 r p m という激しく攪拌させた水 - t - ブタノールの混合貧溶媒 2 0 m L に、室温下で一気に注入した。得られたチタニルフタロシアニンナノ結晶の電子顕微鏡像を作成した。実施例 1 と同様に電子顕微鏡像からのサンプルを目視観察し、生成した微粒子チタニルフタロシアニン顔料ナノ結晶のサイズを測定し、平均粒径の粒度分布を作製した。走査型電子顕微鏡像を図 7 に、粒度分布を図 8 に示す。結晶サイズは平均 3 0 n m であった。

また、作成したチタニルフタロシアニンナノ結晶の粉末法 X 線回折を図 9 に示す。2 θ の 2 6 . 4 9 に一本だけ強いピークを有しており、従来には無かった新

規結晶型であることが分かった。

また、チタニルフタロシアニンナノ結晶分散液の吸収スペクトルを図10に示す。吸収ピーク位置が900nmにあり、カットオフ波長が960nmであり、非常に長波長側にまで吸収帯を有している。この特性は従来のチタニルフタロシアニン結晶にはない吸収であり、前記粉末X線回折の新規特性と合わせて考えると、新規な結晶系であることを裏付けている。この実施例で得られた結晶の吸収は、従来のチタニルフタロシアニン結晶において吸収の幅が最も高性能とされたY型以上に広がっている。且つ、微小サイズであり、分散薄膜として使用するにも有用である。

【0018】

実施例4

2つの置換基を有する2,9-ジメチルキナクリドン顔料を、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン200 μ L中に濃度5mMで、室温下にて溶解し、均一な溶液とした。前記調製した溶液を攪拌機により1500rpmという激しく攪拌させた10mLの水中に注入した。

得られた微粒子キナクリドン顔料のサイズや結晶型を測定した結果、それぞれ、20nm、 γ 型という実施例1を同じ結果が得られた。また、溶液の濃度を濃くすると、分散液の吸光度が比例的に増大する傾向も同様であった。

【0019】

【発明の効果】

以上述べたように、アミド系溶媒を有機顔料の溶液調製用の溶媒として用い、この溶液を再沈法による有機微結晶を製造する技術を構成できる貧溶媒と組み合わせることにより、高濃度の顔料分散体を得られ、有機顔料微粒子、特にナノサイズの微粒子の高効率の製造方法を提供できたという、優れた効果をもたす。更に、貧溶媒の選択により異なった結晶型の顔料が得られることが分かり、簡単な製造条件の変更により所望の結晶構造の有機顔料が製造できる技術を提供した点でも、顕著な効果をもたらすものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】 貧溶媒に水を用いた実施例1で得られたキナクリドンナノ結晶の

電子顕微鏡像

【図 2】 実施例 1 で得られたキナクリドンナノ結晶のサイズ分布

【図 3】 実施例 1 で得られたキナクリドンナノ結晶の粉末 X 線回折

【図 4】 貧溶媒にメタノールを用いた実施例 2 で得られたキナクリドンナノ結晶の粉末 X 線回折

【図 5】 顔料の溶媒濃度を 1 mM (a)、3 mM (b)、5 mM (c) および 10 mM (d) に変えて作成したキナクリドンナノ結晶水分散液の吸収スペクトル

【図 6】 貧溶媒に水を用いた実施例 1 で得られたキナクリドンナノ結晶 (a) および貧溶媒にメタノールを用いた実施例 2 で得られたキナクリドンナノ結晶 (b) の吸収スペクトル

【図 7】 溶媒として NMP-ピリジンの 1 ; 1 の混合溶媒を用い、貧溶媒として水- α -ブタノールの混合貧溶媒を用いた実施例 3 のチタニルフタロシアニンナノ結晶の電子顕微鏡像

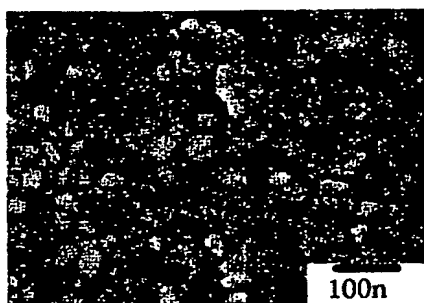
【図 8】 実施例 3 のチタニルフタロシアニンナノ結晶のサイズ分布

【図 9】 実施例 3 のチタニルフタロシアニンナノ結晶の粉末 X 線回折

【図 10】 実施例 3 のチタニルフタロシアニンナノ結晶の分散液の吸収スペクトル

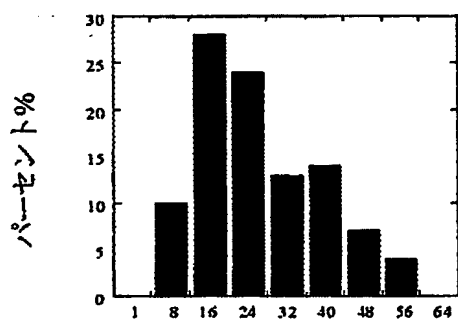
【書類名】図面

【図 1】



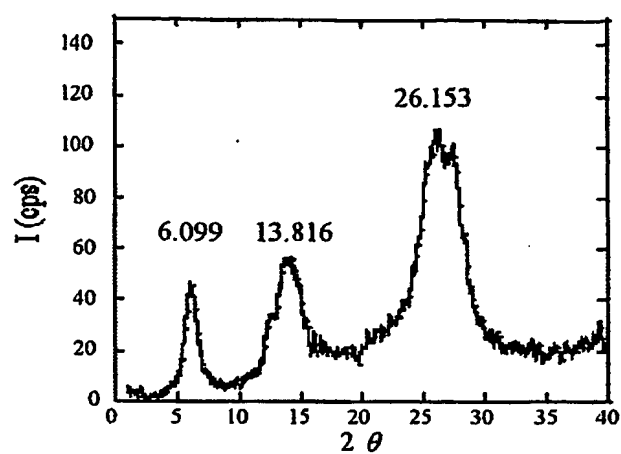
作製したキナクリドンナノ結晶の電子顕微鏡像

【図 2】



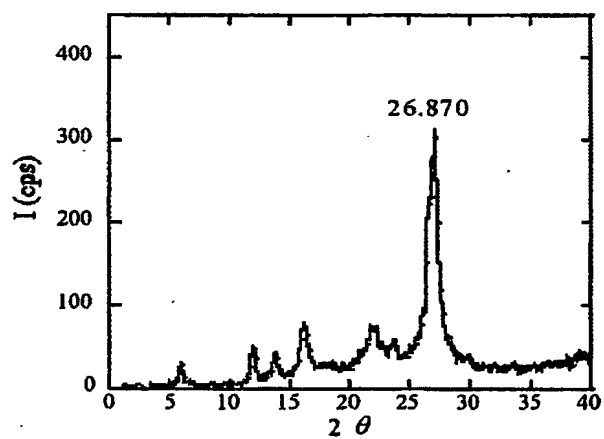
作製したキナクリドンナノ結晶のサイズ分布

【図 3】



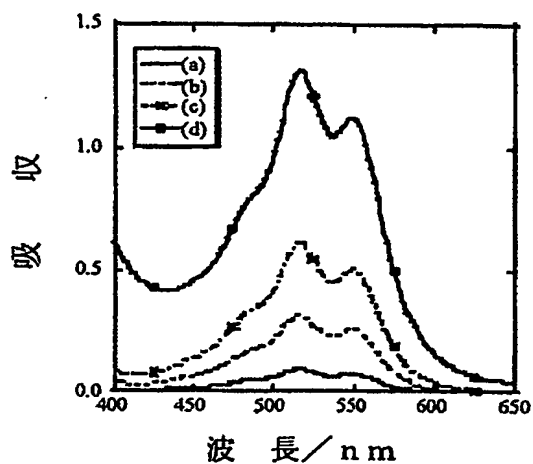
作製されたキナクリドンナノ結晶の粉末法X線回折
(貧溶媒に水を使用した場合)

【図 4】



作製されたキナクリドンナノ結晶の粉末法X線回折
(貧溶媒にメタノールを使用した場合)

【図 5】

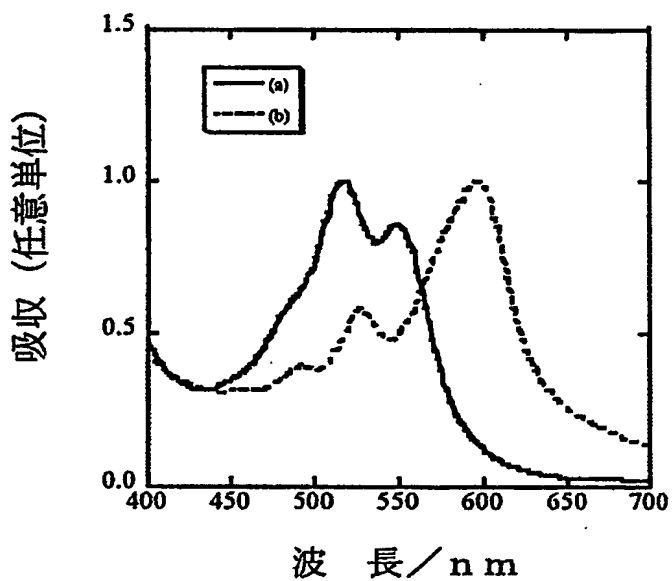


作製したキナクリドンナノ結晶水分散液の

吸収スペクトル: 注入溶液の濃度の影響;

(a) 1 mM, (b) 3 mM, (c) 5 mM, (d) 10 mM.

【図 6】

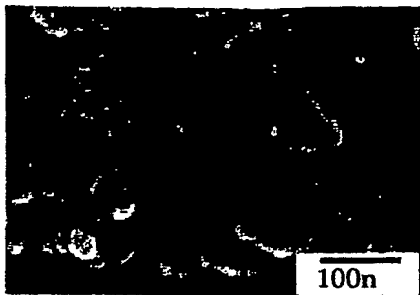


作製したキナクリドンナノ結晶分散液の

吸収スペクトル: 貧溶媒の種類の影響;

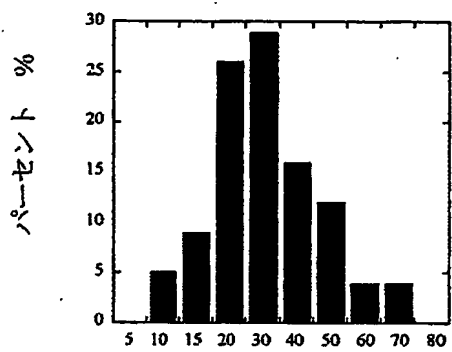
(a) 水, (b) メタノール

【図 7】



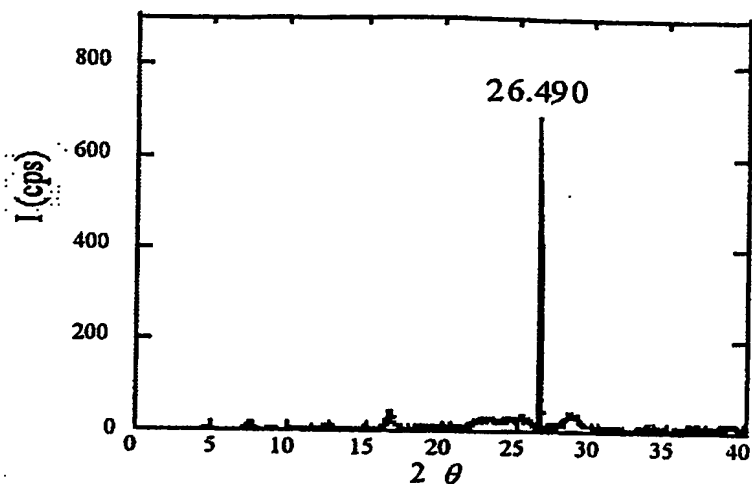
チタニルフタロシアニンナノ結晶の
電子顕微鏡像

【図 8】



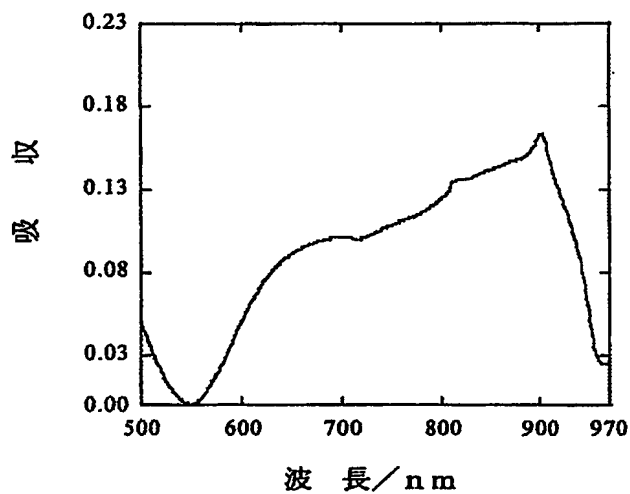
結晶サイズ / nm
作製したチタニルフタロシアニン
ナノ結晶のサイズ分布

【図 9】



作製されたチタニルフタロシアニンナノ結晶の粉末法X線回折
 良溶媒：NMP+ピリジン，貧溶媒：tブタノール+水
 をそれぞれ使用した場合

【図 10】



本手法により作製されたチタニルフタロシアニンナノ結晶
 分散液の吸収スペクトル

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 環境に優しく、高効率で有機顔料微結晶。特にナノレベル有機顔料微粒子を製造する方法の提供、

【解決手段】 有機顔料をアミド系溶媒、特に1-メチル-2-ピロリジノンを少なくとも50容量%以上含む有機溶媒に溶解させた後、前記溶媒と相溶性であり前記有機顔料に対する貧溶媒中に前記顔料溶液を攪拌条件下で注入することを特徴とする高濃度の前記有機顔料のナノサイズの微粒子を製造する方法。

顔料としてはキナクリドン顔料、フタロシアニン顔料などであり、製造条件として、常圧～亜臨界乃至超臨界状態で実施可能出る。

【選択図】 図6

認 定 ・ 付 加 情 報

特許出願の番号	特願 2 0 0 2 - 2 5 2 3 8 9
受付番号	5 0 2 0 1 2 9 2 7 9 4
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0 0 9 5
作成日	平成 1 4 年 9 月 2 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成14年 8月30日
-------	-------------

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [396020800]

1. 変更年月日	1998年 2月24日
[変更理由]	名称変更
住 所	埼玉県川口市本町4丁目1番8号
氏 名	科学技術振興事業団

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☒ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☒ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.